

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年   3 月 2 8 日  
Date of Application:

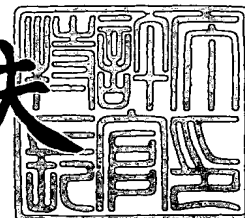
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 0 9 0 0 1 8  
Application Number:  
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 3 - 0 9 0 0 1 8 ]

出      願      人                      日 本 碍 子 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 4 年   1 月 1 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 WP04254

【提出日】 平成15年 3月28日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 G01N 15/08  
B01J 35/04  
G06K 7/00

【発明の名称】 多孔質セル構造体の吸水量測定方法、吸水量情報表示方法及び触媒担持方法

【請求項の数】 13

【発明者】  
【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内

【氏名】 市川 結輝人

【特許出願人】  
【識別番号】 000004064  
【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100088616  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 渡邊 一平

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 009689  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9001231



【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 多孔質セル構造体の吸水量測定方法、吸水量情報表示方法及び触媒担持方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、

前記多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面への微粒子物質の付着量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該付着量を測定することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量測定方法。

【請求項 2】 前記微粒子物質が、気体、液体及び固体のうちの何れか 1 種又は 2 種以上を複合したものである請求項 1 記載の多孔質セル構造体の吸水量測定方法。

【請求項 3】 前記微粒子物質が、空気に含まれた状態で前記多孔質セル構造体内に送り込まれ、前記多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面へ付着する蒸気である請求項 2 記載の多孔質セル構造体の吸水量測定方法。

【請求項 4】 触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、

前記多孔質セル構造体のセル通路内及びセルを構成する隔壁内部の細孔の内部に予め液体を充填させておき、しかる後に、充填されていた液体を前記多孔質セル構造体の外部に排出させ、隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面に付着残存した液体の量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該液体の量を測定することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量測定方法。

【請求項 5】 前記請求項 1 ないし 4 の何れか一項に記載の吸水量測定方法にて多孔質セル構造体の吸水量を測定し、当該吸水量と当該吸水量を測定した前記多

孔質セル構造体の乾燥質量に関する情報又は当該吸水量のみに関する情報を、前記多孔質セル構造体の表面に表示することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量情報表示方法。

【請求項 6】 前記情報の表示形式が文字である請求項 5 記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 7】 前記情報の表示形式がバーコードである請求項 5 記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 8】 前記情報をインクにより表示する請求項 6 又は 7 に記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 9】 前記情報をインクにより表示する方法が、インクジェット方法又は熱転写方法である請求項 8 記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 10】 前記情報をレーザーにより表示する請求項 6 又は 7 に記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 11】 前記情報をサンドブラストにより表示する請求項 6 又は 7 に記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 12】 前記情報を化学的な腐食作用により表示する請求項 6 又は 7 に記載の吸水量情報表示方法。

【請求項 13】 前記請求項 5 ないし 12 の何れか一項に記載の吸水量情報表示方法で前記多孔質セル構造体の表面に表示された吸水量と乾燥質量とに関する情報又は吸水量のみに関する情報を読み取り、その情報に基づいて前記多孔質セル構造体へのウォッシュコート方法による触媒成分の担持条件を調整することを特徴とする多孔質セル構造体の触媒担持方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定・調整するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法、測定した吸水量に関する情報を多孔質セル構造体に表示する方法、及び当該表示情報を利用して多孔質セル構造体に触媒成分を

担持する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、自動車排ガス浄化用の触媒体には、多孔質セル構造体の一種であるセラミック製ハニカム状構造体に、触媒成分として白金（Pt）、パラジウム（Pd）、ロジウム（Rh）等の貴金属を担持して触媒層を形成したものが使用されている。

【0003】 このような触媒体の製造においては、触媒成分の担持量が適切となるよう担持条件を設定・調整することが重要となる。触媒成分の担持量が少な過ぎると十分な排ガス浄化性能や耐久性が得られず、一方、過剰量の触媒成分が担持されると高価で希少な貴金属であるPt、Pd、Rh等の触媒成分が浪費され、製造コストも増大するからである。

【0004】 そこで、触媒成分の担持条件を設定・調整するための目安とすべく、事前に触媒担体として使用される多孔質セル構造体の「吸水量」を測定し、この「吸水量」に基づいて、実際の担持条件を設定・調整するということが行われている。

【0005】 触媒成分は、通常、ウォッシュコート方法によって、多孔質セル構造体に担持される。具体的には、触媒成分と水とで構成された触媒スラリーを用い、この触媒スラリーを多孔質セル構造体内に充填すると、隔壁内部の細孔内にスラリーの水分が吸水され、その際の吸水の力によって、隔壁表面と隔壁表面に開口した細孔の内部にスラリー中の固形成分である触媒成分が着肉する。

【0006】 なお、従来の自動車排ガス浄化用触媒体の触媒担体には、気孔率20～35%程度の多孔質セル構造体がいっていたが、このような多孔質セル構造体は、隔壁内部の細孔同士の連結部が小さく、ウォッシュコート方法では、固形成分である触媒成分がその細孔内まで侵入できないため、隔壁内部の細孔内にまでは触媒成分が担持されていなかった。

【0007】 したがって、従来、触媒成分の担持条件を設定・調整するための目安となる「吸水量」としては、セルを構成する隔壁表面と隔壁表面に開口した細孔の内部に溜まった水分量とで規定される値を用いていた（当該従来技術に関する先行技術文献は特に見当たらない。）。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、最近では、触媒担体に用いる多孔質セル構造体の気孔率を大幅に高めて、セルを構成する隔壁内部の細孔の連結性を高め、従来は触媒成分が担持されていなかった隔壁内部の細孔の表面も触媒担持の基材部として利用することが検討されている。

【0009】 また、ディーゼルパティキュレートフィルター（DPF）のように、多孔質セル構造体のセル通路の一端部を交互に封止してフィルターとした場合において、当該フィルターでディーゼル排ガス中の有害成分であるパティキュレートマター（PM）、ハイドロカーボン（HC）類、一酸化炭素（CO）、窒素酸化物（NO<sub>x</sub>）等を触媒にて処理するため、隔壁表面や隔壁表面に開口した細孔内だけでなく、隔壁内部の細孔の表面にも触媒成分を担持させて、前記のような有害成分の処理能力を高める試みがなされている。

【0010】 このような場合には、隔壁表面に開口した細孔や隔壁内部の細孔の中に、触媒成分を完全に充填してしまうと、排ガスが隔壁内部に入り込むことができず、内部の触媒成分と接触できなくなってしまうので、触媒成分は細孔内部を埋めることなく、細孔表面に適度に付着している状態とする必要がある。このような担持状態は、触媒スラリーがセル通路内と細孔内部に充填されている間に、触媒スラリー中の固形成分である触媒成分が、いわゆる吸着現象（固液吸着）により隔壁表面や細孔表面に付着することにより得られる。

【0011】 したがって、隔壁内部の細孔の表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製しようとする場合においては、従来触媒成分の担持条件を設定・調整するための目安としていた、隔壁表面と隔壁表面に開口した細孔の内部に溜まった水分量とで規定される「吸水量」ではなく、隔壁内部の細孔の表面に付着する水分等についても考慮された、新たな概念の「吸水量」を規定して、それを目安とする必要が有る。

【0012】 本発明は、このような従来の事情に鑑みてなされたものであり、多孔質セル構造体の隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製する場合において、触媒成分の担持量が適切となるような担持条件を設定・調整するための目安となる多孔質セル構造体の「吸水量」を規定し、

それを測定することを主な目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、前記多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面への微粒子物質の付着量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該付着量を測定することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量測定方法（第一の吸水量測定方法）、が提供される。

【0014】 また、本発明によれば、触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、前記多孔質セル構造体のセル通路内及びセルを構成する隔壁内部の細孔の内部に予め液体を充填させておき、しかる後に、充填されていた液体を前記多孔質セル構造体の外部に排出させ、隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面に付着残存した液体の量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該液体の量を測定することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量測定方法（第二の吸水量測定方法）、が提供される。

【0015】 更に、本発明によれば、前記の何れかの吸水量測定方法にて多孔質セル構造体の吸水量を測定し、当該吸水量と当該吸水量を測定した前記多孔質セル構造体の乾燥質量に関する情報又は当該吸水量のみに関する情報を、前記多孔質セル構造体の表面に表示することを特徴とする多孔質セル構造体の吸水量情報表示方法、が提供される。

【0016】 更にまた、本発明によれば、前記の吸水量情報表示方法で前記多孔質セル構造体の表面に表示された吸水量と乾燥質量とに関する情報又は吸水量のみに関する情報を読み取り、その情報に基づいて前記多孔質セル構造体へのウォッシュコート方法による触媒成分の担持条件を調整することを特徴とする多孔質セル構造体の触媒担持方法、が提供される。

【0017】



【発明の実施の形態】 本発明の第一の吸水量測定方法は、触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、その特徴は、多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面への微粒子物質の付着量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該付着量を測定することにある。

【0 0 1 8】 前述のように、触媒担体となる多孔質セル構造体の隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製しようとする場合においては、隔壁内部の細孔の表面に付着する水分等についても考慮された「吸水量」を規定して、それを測定する必要がある。具体的には、セルを構成する隔壁表面と隔壁内部の細孔の表面に適度に付着（吸着）している微粒子物質や液体の量を、担体となる多孔質セル構造体の「吸水量」として扱うことが好ましい。

【0 0 1 9】 このような観点から、本発明の第一の吸水量測定法においては、図 1 に示すように、多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁 2 の表面 3 及び隔壁 2 内部の細孔 4 の表面への微粒子物質 5 の付着量を多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該付着量を測定することとした。なお、「細孔表面への微粒子物質の付着」とは、図 2 のように細孔 4 内が微粒子物質 5 によって充填されず、図 1 のように細孔 4 の表面だけに微粒子物質 5 が付着した状態である。このような状態とした理由は、この微粒子物質が、実際にウォッシュコート方法で触媒担持を行った場合の触媒成分を模擬したものであり、前述のとおり細孔内が触媒成分で充填されてしまうと、排ガスが隔壁内部に入り込むことができず、内部の触媒成分と接触できなくなってしまうためである。

【0 0 2 0】 なお、ハニカム構造体へ吸水させて吸水量を求める方法としては、社団法人自動車技術会発行の J A S O M 5 0 5 - 8 7（自動車排気ガス浄化触媒用セラミックモノリス担体の試験方法）に規定された方法が知られているが、この方法によると、図 2 のように細孔 4 の内部に水分が充満されることになり、この水分を触媒成分に置き換えて考えると、触媒成分が細孔内部まで充填された状態に対応することとなる。しかしながら、細孔内部に触媒成分を充填してし

まうと、前記のとおり細孔内部の触媒成分が排ガス中の有害成分と十分に接触できなくなるので、浄化効率は低下してしまう。

【0021】 したがって、隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用しようとする場合には、細孔の内部を充填することのないように細孔表面に触媒成分を担持することが重要であり、そうすることによって細孔内部に空洞部が形成され、細孔表面の触媒成分と前記空洞部に入り込んだ排ガスの有害成分とが接触できるようになり、浄化効率が向上する。

【0022】 第一の吸水量測定方法において、測定に使用する微粒子物質は、気体、液体及び固体のうちの何れか1種又は2種以上を複合したものであり、特に、この微粒子物質が、空気に含まれた状態で多孔質セル構造体内に送り込まれることにより、多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面へ付着する蒸気である場合には、前記のような適度な付着状態が得られやすい。

【0023】 本発明の第二の吸水量測定方法は、触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法であって、その特徴は、多孔質セル構造体のセル通路内及びセルを構成する隔壁内部の細孔の内部に予め液体を充填させておき、しかる後に、充填されていた液体を多孔質セル構造体の外部に排出させ、隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面に付着残存した液体の量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該液体の量を測定することにある。

【0024】 この第二の吸水量測定方法も前記第一の吸水量測定方法と同様の観点から「吸水量」を規定して、それを測定するものであり、測定のための付着媒体として液体を使用する。

【0025】 測定の手順としては、まず、測定対象となる多孔質セル構造体のセル通路内及びセルを構成する隔壁内部の細孔の内部に予め液体を充填させる。その後、充填されていた液体を多孔質セル構造体の外部に排出させ、隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面に付着残存した液体の量を測定する。なお、第一の吸水量測定方法と同様の観点から、「細孔表面に付着残存した液体」とは、細孔内を充

填することなく、細孔の表面だけに付着した状態の液体である。

【0026】 測定に使用する液体の種類は特に限定されないが、通常は水を用いればよい。また、液体を単に外部に排出しただけでは前記のような細孔表面の付着状態が得られず、細孔内に液体が充填された状態となってしまうような場合には、例えば、エアシャワーを吹き付けるなどして余分な液体を強制的に除去するようにしてもよい。

【0027】 これら第一の吸水量測定方法や第二の吸水量測定方法によれば、多孔質セル構造体の隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製する場合において、触媒成分の担持量が適切となるような担持条件を設定・調整するための有効な目安となる多孔質セル構造体の吸水量が得られる。

【0028】 本発明の吸水量情報表示方法は、前記第一の吸水量測定方法又は第二の吸水量測定方法にて多孔質セル構造体の吸水量を測定し、当該吸水量と当該吸水量を測定した多孔質セル構造体の乾燥質量に関する情報又は当該吸水量のみに関する情報を、その多孔質セル構造体の表面に表示することを特徴とするものである。

【0029】 また、本発明の触媒担持方法は、前記の吸水量情報表示方法で多孔質セル構造体の表面に表示された吸水量と乾燥質量とに関する情報又は吸水量のみに関する情報を読み取り、その情報に基づいてその多孔質セル構造体へのウォッシュコート方法による触媒成分の担持条件を調整することを特徴とするものである。

【0030】 多孔質セル構造体に触媒成分を担持させる方法としては、触媒成分を含むウォッシュコート用の触媒スラリーに多孔質セル構造体を浸漬したり、多孔質セル構造体の一端を当該スラリーに浸して他端から吸引したり、多孔質セル構造体の一端から当該スラリーを加圧により内部に導入したりするのが一般的であるが、このような方法で多孔質セル構造体に担持される触媒成分の量は、前記のような測定方法で求めた多孔質セル構造体の吸水量と概ね比例するという相関性がある。

【0031】 すなわち、多孔質セル構造体の吸水量は、セルを構成する隔壁の

表面や細孔の表面に付着して保持される水分量であり、その値が大きいほど、触媒成分を担持させた際の担持量が大きくなる傾向にある。そのため、この多孔質セル構造体の吸水量を目安として触媒担持条件（例えば、触媒スラリーの粘性、浸漬時間、吸引や加圧の際の圧力など）を設定・調整すると、適切な量の触媒成分を担持させることが可能となる。

【0032】 本発明の吸水量情報表示方法は、このように触媒担持条件を調整する際を目安として有用な多孔質セル構造体の吸水量を前記の吸水量測定方法により測定し、その吸水量に関する情報を多孔質セル構造体の表面に表示するものであり、本発明の触媒担持方法のように、この表示された情報を読み取り、当該情報に基づいて多孔質セル構造体へのウォッシュコート方法による触媒担持の条件を設定・調整することによって、個々の多孔質セル構造体に対して、適切な量の触媒成分を担持することができる。

【0033】 そして、その結果、得られた触媒体やDPFに所望の触媒効果を発揮させるとともに、Pt、Pd、Rh等の高価で希少な貴金属である触媒成分の浪費を防いで、製造コストを抑えることが可能となる。また、個々の多孔質セル構造体の情報に基づいて、触媒担持条件を調整することができるので、1つ1つの多孔質セル構造体に対して十分な調整が可能となる。

【0034】 なお、多孔質セル構造体の表面には、多孔質セル構造体の吸水量のみに関する情報を表示してもよいが、当該多孔質セル構造体の乾燥質量に関する情報も併せて表示しておけば、それに基づいて、より正確な触媒担持条件の設定・調整が可能となる。一般に、多孔質セル構造体の吸水量は、多孔質セル構造体の吸水質量から乾燥質量を差し引いて求められるので、通常は吸水量を測定する際に予め乾燥質量が測定されており、これを吸水量に関する情報と併せて表示すればよい。

【0035】 図3は、本発明の吸水量情報表示方法を実施する際に使用する装置の一例を示す模式図であり、当該装置においては、前記第一の吸水量測定方法により多孔質セル構造体の吸水量を求めるようにしている。この装置は、多孔質セル構造体1の乾燥質量を測定する質量計6と、多孔質セル構造体1に水蒸気を含んだ空気を加圧しながら送り込む吸水器7と、多孔質セル構造体1の吸水質量

を測定する質量計 8 と、質量計 6 及び質量計 8 で測定された多孔質セル構造体 1 の乾燥質量と吸水質量とから吸水量を算出する算出手段 9 と、算出手段 9 によって算出された多孔質セル構造体 1 の吸水量に関する情報（及び乾燥質量に関する情報）を、セル構造体 1 の表面に表示するマーカー 10 とを有する。

【0036】 この装置により、多孔質セル構造体 1 は、最初に質量計 6 にて乾燥質量を測定された後、吸水器 7 により、両端部をフランジ 7 a、7 b を挟み込まれた状態で、セル内部に水蒸気を含んだ空気が加圧されながら所定時間送り込まれ、図 1 のようにセルを構成する隔壁 2 の表面 3 及び隔壁 2 内部の細孔 4 の表面に水蒸気が付着した吸水状態とされる。その後、質量計 8 にて吸水質量が測定され、この吸水質量と最初に測定された乾燥質量とから算出手段 9 によって吸水量が算出される。そして、最後にマーカー 10 によって多孔質セル構造体 1 の表面に吸水量に関する情報（及び乾燥質量に関する情報）が表示される。

【0037】 この表示方法において、情報の表示形式には、例えば文字やバーコードを用いることができる。また、情報は、インク塗布、レーザー、サンドブラスト、化学的な腐食作用等により表示することができる。インクにより情報を表示する場合は、インクジェット方法又は熱転写方法を用いることが好ましい。

【0038】 インクジェット印字装置やレーザーマーカーによって情報を表示する方法は、印字速度が速く、また非接触であるため、多量の多孔質セル構造体を処理する上で望ましい。特にレーザーマーカーによる表示方法は、インクを必要とせず、前処理等も不要なので、メンテナンスの観点からインクジェット方法よりも好ましい。レーザーマーカーとしては YAG パルスレーザー装置や CO<sub>2</sub> 炭酸ガスレーザー装置が好適に使用できる。

【0039】 多孔質セル構造体の表面に表示された情報の読み取りについては、例えば、情報の表示形式が文字である場合には、その文字を CCD カメラで撮影し、パターンマッチング方法で認識させることが好ましい。この方法は、予め情報の表示に使用する文字を登録しておき、撮影した文字の濃淡情報から登録した文字にもっとも近いパターンを選択する方法である。

【0040】 また、情報の表示形式がバーコードである場合には、バーコードリーダーを使用して読み取りを行う。バーコードリーダーの読み取り原理は、レ

ーザー光をバーコードラベル上に照射して、その乱反射光をバーコードリーダーの受光部で受光する。その乱反射光はスペースとバーの反射率の差により強弱が発生するので、これをON/OFFのデジタル信号に変換することで、スペースとバーを判別して読み取る。

#### 【0041】

【実施例】 以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0042】 図4に示すように、多孔質セル構造体のセル通路の一端部を交互に封止してなるコージェライト質のDPF11を、筒状の缶体12に収納固定し、その出口側より吸引しつつ、入口側より炭化水素化合物を含んだ空気（ガス）を送って、DPFに通すと、ある程度の時間までは、ガス中の炭化水素化合物がDPF11の隔壁内部の細孔表面に吸着されるため、炭化水素化合物は直ぐにはDPF11の出口側から流出して来ない。しかしながら、ガスの導入開始からしばらく時間が経過すると、DPF11の出口側からガスが流出してくるようになる。これは隔壁内部の細孔表面に付着できる炭化水素化合物の量に限りがあるためと考えられる。

【0043】 気孔率が同一であるが、細孔分布が異なるいくつかのコージェライト質DPFについて、前記と同様の試験を実施したところ、DPFの出口側から炭化水素化合物を含んだガスが流出してくるまでの時間（ガス流出時間）に差があることがわかり、また、これらのDPFに触媒成分の担持を行ったところ、各DPFのガス流出時間と、触媒成分の担持量（触媒担持量）との間に相関があることが判明した。これは、細孔表面の表面積が大きいほど炭化水素化合物の吸着量が増加し、また同様に、細孔表面の表面積が大きいほど細孔表面に担持される触媒成分の量も増加するためと考えられる。

【0044】 なお、DPFの出口側から炭化水素化合物を含んだガスが流出して来るまでの時間は、例えば図4のように、DPF11の出口近傍にレーザー発生器13を設け、このレーザー発生器13からDPF11の出口側端面と平行になるように扇状にレーザー光を照射しておくことで計測できる。すなわち、DPFの出口側から炭化水素化合物を含んだガスが流出して来ると、その炭化水素化

合物にレーザーが当たって明るく輝点を発するので、この輝点が所定数発生するまでの時間を計測する。また、DPFの出口側に炭化水素化合物が充満してくると、その濃度により光透過率が変化するので、DPFの出口側の炭化水素化合物の濃度を光透過率により測定し、所定濃度に達するまでの時間を計測するようにしてもよい。

【0045】 そして、このようにして計測されたガス流出時間と、その間の単位時間あたりにDPFに送り込まれたガスに含まれる炭化水素化合物の量（ガス発生量）とを積算（ガス流出時間×ガス発生量）すれば、本発明の「吸水量」に相当する、炭化水素化合物のDPFに対する付着の限界量（ガス付着限界量）が求められる。

【0046】 以上の知見を踏まえ、次のようにしてDPFの吸水量から適切な触媒担持量を予測した。まず、予め適切な触媒担持量がわかっているDPF-A及びDPF-Bを用意した。これら何れのDPFもコーゼライト質材料からなるものであり、寸法は直径 $\phi$  230 mm、長さ300 mmで、セル構造は隔壁の厚さが12 mil、セル密度が300セル/平方インチ（cpsi）である。ただし、DPF-AとDPF-Bとでは触媒担持量が異なり、DPF-Bの方が触媒担持量が多い。

【0047】 DPF-Aと同一製造ロットのDPFで触媒担持量がDPF-Aとほぼ同等であるDPF-A' から試料を採取し、水銀ポロシメータで気孔率を測定した。同様に、DPF-Bと同一製造ロットのDPFで触媒担持量がDPF-Bとほぼ同等であるDPF-B' から試料を採取し、水銀ポロシメータで気孔率を測定した。その結果、DPF-A' とDPF-B' の気孔率は、共に約65%と同等であり、したがって、これらのDPFとそれぞれ同一製造ロットであるDPF-AとDPF-Bも、触媒担持量は異なるが、気孔率については同等であると見なすことができる。なお、DPF-AとDPF-Bの製品質量もほぼ同等であった。

【0048】 DPF-AとDPF-Bとに対し、前記試験と同様に炭化水素化合物を含むガスを送り込み、同一条件下でDPF-Aのガス流出時間 $T_a$ とDPF-Bのガス流出時間 $T_b$ を測定したところ、図5のグラフに示すような結果が

得られた。前記のとおり、DPFのガス付着限界量は、「ガス付着限界量＝ガス流出時間×ガス発生量」で表されるので、図6のようにガス流出時間とガス付着限界量との相関図が描け、更に、図7のように触媒担持量とガス付着限界量との相関図が描ける。

【0049】 このガス付着限界量、すなわち「微粒子物質の付着量」が本発明の「吸水量」に相当する値となり、これに基づいて適切な触媒担持量を予測することができる。例えば、触媒担持量が未知であるDPF-Xがあるとすると、前記のような方法で、そのガス流出時間 $T_x$ を測定すれば、図6及び図7の相関図より、ガス付着限界量 $V_x$ を求め、触媒担持量 $L_x$ を予測できる。下表は、このような方法により求めた吸水量と触媒担持量とを比で示したものであり、また、比較として、図2のように細孔4内が微粒子物質（炭化水素化合物）5によって充填された状態で求めた場合の吸水量についても併記した。

【0050】

【表1】

	気孔率比	比較方法により求めた吸水量比	本発明方法により求めた吸水量比	触媒担持量比
DPF-A	1.00	1.00	1.00	1.00
DPF-X	1.00	0.97	1.18	1.13
DPF-B	1.00	1.02	1.41	1.35

【0051】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明によれば、多孔質セル構造体の隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製する場合において、触媒成分の担持量が適切となるよう担持条件を設定・調整するための有効な目安となる多孔質セル構造体の吸水量が得られる。また、この吸水量に関する情報を、多孔質セル構造体の表面に表示することにより、当該情報に基づいて多孔質セル構造体に適切な量の触媒成分を担持させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 隔壁表面及び隔壁内部の細孔表面への微粒子物質の付着状態を示す拡大断面図である。



【図 2】 隔壁内部の細孔内が微粒子物質によって充填された状態を示す拡大断面図である。

【図 3】 本発明の吸水量情報表示方法を実施する際に使用する装置の一例を示す模式図である。

【図 4】 吸水量の測定方法の一例を示す概要図である。

【図 5】 実施例における D P F の出口側ガス濃度とガス流出時間との相関を示すグラフである。

【図 6】 実施例における D P F のガス付着限界量とガス流出時間との相関を示すグラフである。

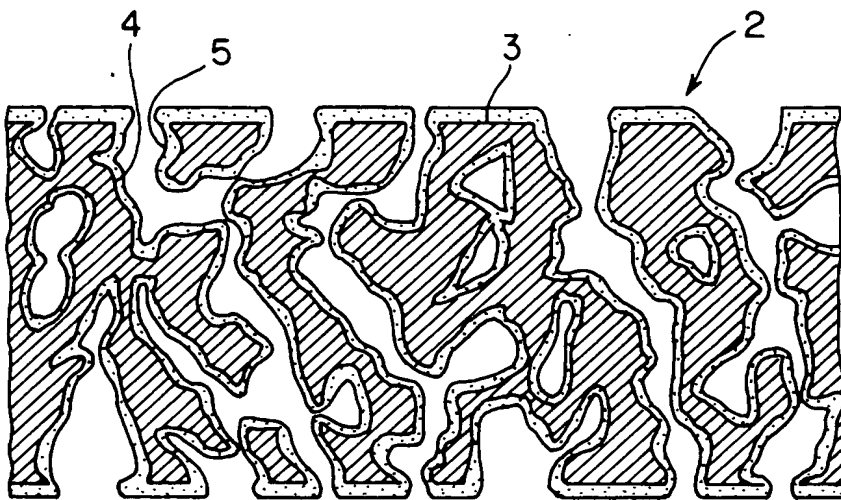
【図 7】 実施例における D P F のガス付着限界量と触媒担持量との相関を示すグラフである。

【符号の説明】

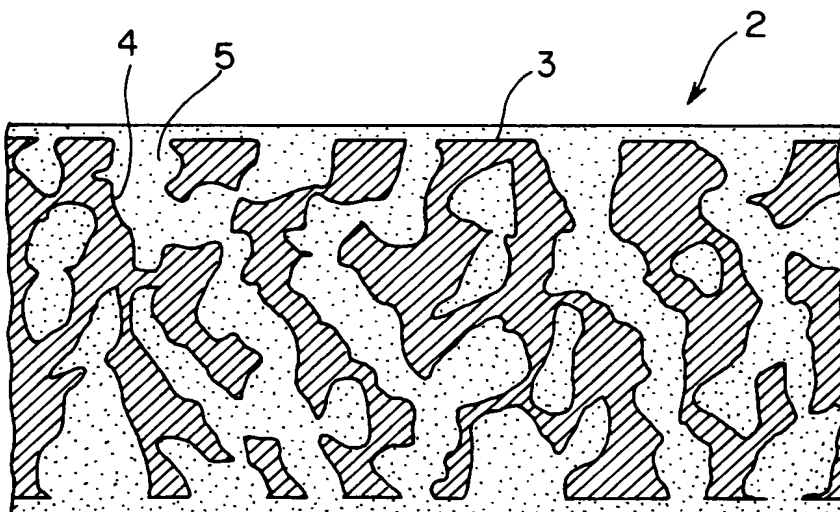
1…多孔質セル構造体、2…隔壁、3…隔壁表面、4…細孔、5…微粒子物質、6…質量計、7…吸水器、8…質量計、9…算出手段、10…マーカー、11…D P F、12…缶体、13…レーザー発生器。

【書類名】 図面

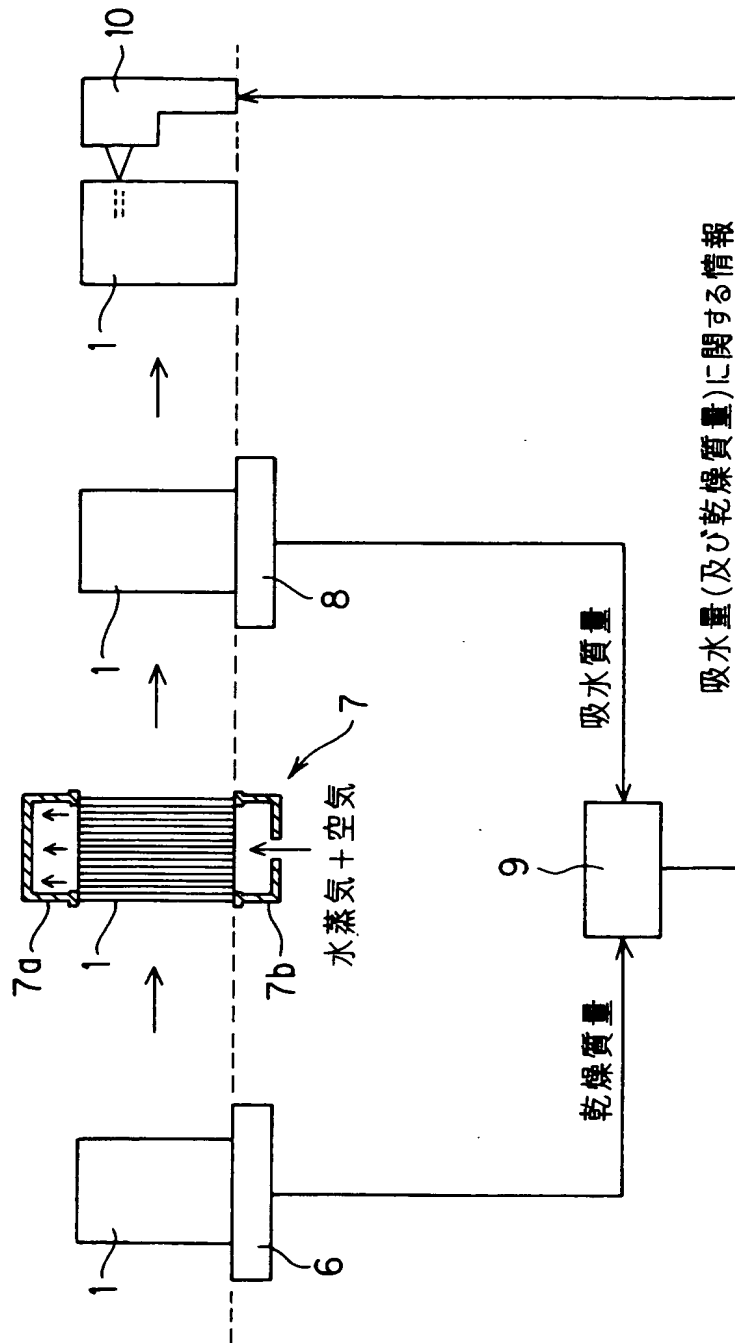
【図 1】



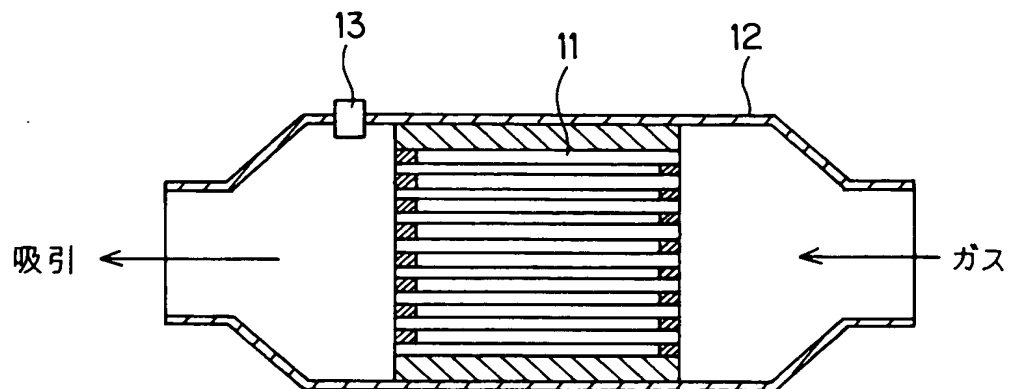
【図 2】



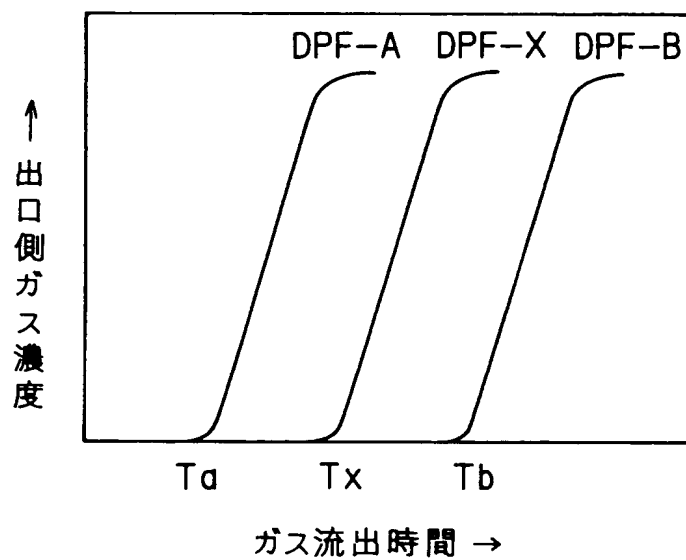
【図 3】



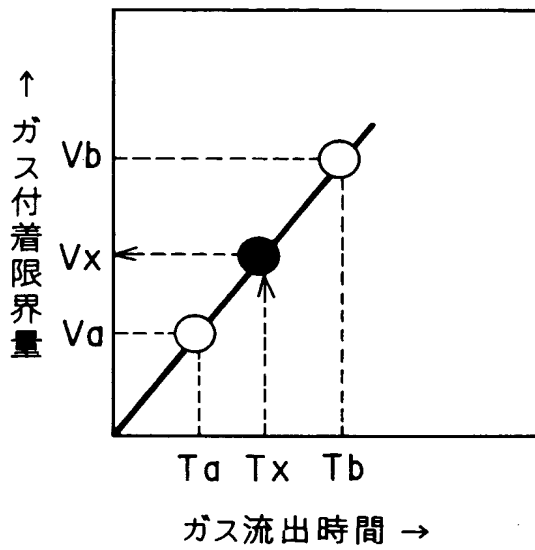
【図 4】



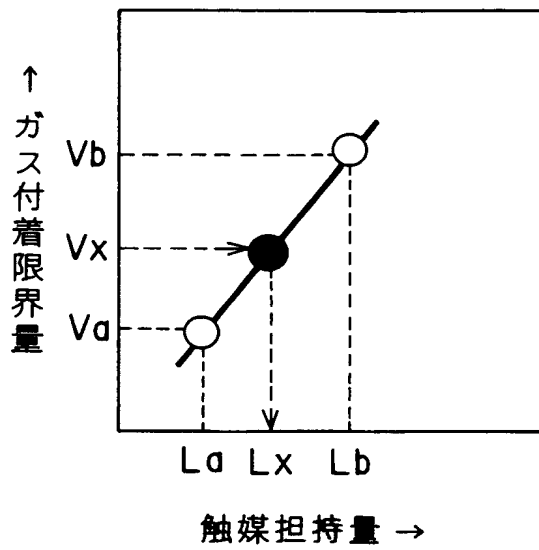
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 多孔質セル構造体の隔壁内部の細孔表面も触媒担持の基材部として利用するような触媒体を作製する場合において、触媒成分の担持量が適切となるような担持条件を設定・調整するための目安となる多孔質セル構造体の「吸水量」を規定し、それを測定する。

【解決手段】 触媒担体として使用される多孔質セル構造体にウォッシュコート方法により触媒成分を担持させて触媒層を形成するにあたり、事前に触媒成分の担持条件を設定するための目安となる多孔質セル構造体の吸水量を測定する方法である。本方法においては、前記多孔質セル構造体のセルを構成する隔壁2の表面3及び隔壁2内部の細孔4の表面への微粒子物質5の付着量を前記多孔質セル構造体の吸水量と見なして、当該付着量を測定する。

【選択図】 図1

特願 2 0 0 3 - 0 9 0 0 1 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 4 0 6 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番 5 6 号

氏 名

日本碍子株式会社